

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10158825 A**

(43) Date of publication of application: **16.06.98**

(51) Int. Cl. **C23C 14/34**  
**B22F 3/14**  
**C22C 1/05**  
**// B22F 1/02**

(21) Application number: **08321816**

(22) Date of filing: **02.12.96**

(71) Applicant: **SANYO SPECIAL STEEL CO LTD**

(72) Inventor: **OKAWA ATSUSHI**  
**AIKAWA YOSHIKAZU**  
**YANAGIYA AKIHIKO**

(54) **PRODUCTION OF  
CERAMIC/METAL-COMPOUNDED SPUTTERING  
TARGET MATERIAL**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a sputtering target material compacted into high density, at the time of compounding a powdery mixture of ceramic powder and metal powder, by using the powdery mixture in a form in which many ceramic fine powders are adhered to the surface of the metal powder.

**SOLUTION:** A powdery mixture of ceramic powder and metal powder is sealed into a capsule made of a suitable amt. of metal, is heated, is subjected to forced pressurizing in a die for pressurizing compression and is thereafter cooled to remove the metal part derived

from the capsule, by which a target material in which the ceramic and metal are compounded is produced. At this time, as the powdery mixture, the one in a form in which many ceramic fine powders are adhered to the surface of the metal powder is used. Furthermore, as the ceramic fine powder, one or more kinds among  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{ZrO}_2$  are used, the average particle size is regulated to  $\leq 1/10$  to the average particle size of the metal powder, and the mixing ratio thereof is regulated to  $\leq 40\text{vol.}\%$  to the whole body of the powdery mixture. In this way, the coagulation of the ceramic powder is effectively prevented, and it is effectively adhered to the surface of the metal powder, by which the good target material can be obtd.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-158825

(43)公開日 平成10年(1998)6月16日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 2 3 C 14/34  
B 2 2 F 3/14  
C 2 2 C 1/05  
// B 2 2 F 1/02

C 2 3 C 14/34 A  
C 2 2 C 1/05 A  
B 2 2 F 1/02 D  
3/14 A

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平8-321816

(22)出願日 平成8年(1996)12月2日

(71)出願人 000180070

山陽特殊製鋼株式会社

兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地

(72)発明者 大川 淳

兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地

山陽特殊製鋼株式会社内

(72)発明者 相川芳和

兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地

山陽特殊製鋼株式会社内

(72)発明者 柳谷彰彦

兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字3007番地

山陽特殊製鋼株式会社内

(74)代理人 弁理士 新部 興治 (外2名)

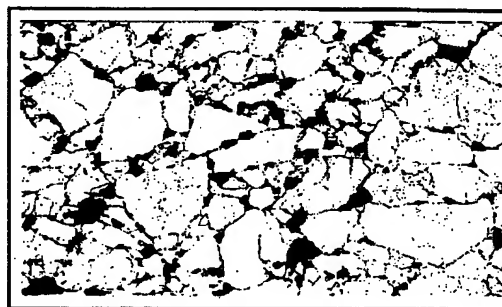
(54)【発明の名称】 セラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法

(57)【要約】

【課題】 高密度に固化成形できていないことやセラミックが凝集するといったことから機械加工時に割れや欠けが生じるといった従来技術に見られる種々の問題点を改善した、セラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法を提供する。

【解決手段】 金属製カプセルに、セラミック粉末と金属粉末の混合粉末を適量収容して脱気密封し、このカプセルを加熱して加圧圧縮用金型内で強圧し、ついでこのカプセルを取出して冷却し、カプセルに由来する金属部分を除去して、高密度のセラミックと金属が複合化されたターゲット材を製造する方法において、混合粉末に、金属粉末の表面に多数のセラミック微粉末が付着された形態の混合粉末を用いることを特徴とするセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法。

実施例1のターゲット材マイクロ組織



100 μm

BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属製カプセルに、セラミック粉末と金属粉末の混合粉末を適量収容して脱気密封し、このカプセルを加熱して加圧圧縮用金型内で強圧し、ついでこのカプセルを取出して冷却し、カプセルに由来する金属部分を除去して、高密度のセラミックと金属が複合化されたターゲット材を製造する方法において、混合粉末に、金属粉末の表面に多数のセラミック微粉末が付着された形態の混合粉末を用いることを特徴とするセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法。

【請求項2】 セラミック微粉末が、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  および  $\text{ZrO}_2$  から選ばれた1種類以上のセラミック微粉末であることを特徴とする請求項1記載のセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法。

【請求項3】 セラミック微粉末の平均粒径が、金属粉末の平均粒径の $1/10$ 以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法。

【請求項4】 セラミック微粉末の混合比率が混合粉末の全体に対して40vol.%以下であることを特徴とする請求項1、2又は3のいずれか記載のセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、主として磁気記録媒体の下地膜用および磁気記録膜用のスパッタリングターゲット材の製造方法に関し、さらに詳しくは、セラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、電子機器材料の分野のなかでもコンピュータのハードディスクなどの磁気記録媒体用薄膜の需要は急激な増加の傾向にあり、使用される薄膜の記録密度もますます高密度化しつつあり、そのため下地膜には低ノイズ特性が要求され、一方磁気記録膜には低ノイズ特性に加えて高保磁力特性も要求されており、金属相と非金属相の2相からなる薄膜が使用されつつある。このような磁気記録媒体の下地膜および磁気記録膜の作製には、主として一般にスパッタリング工法が用いられ、スパッタリングターゲットとしてはセラミックと金属が複合化されたターゲット材が使用されている。このスパッタリングに使用されるターゲット材は、従来等方性熱間静水圧プレス（以下「HIP」という。）工法により製造されている。

【0003】他の方法としては、特公平2-8301号公報に示されているように粉末を混合し、その混合粉末を金属カプセルに充填し、高温高圧下で固化成形する方

法も考えられる。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】HIP工法は一般に工業的には時間とコストがかかり、量産に適しているとはいいがたい。加えてHIP工法では高密度に固化成形できておらず、ポアが存在し、そのポアがスパッタ時のパーティクル発生の原因となり膜作製のトラブルを生じやすい。またスパッタ中にポアの部分に熱応力が集中してしまい割れやすい。

【0005】ターゲット材は所望形状に仕上げるために固化成形後、機械加工を行う必要がある。しかしHIP材の結晶粒は不揃いであり、高密度に固化成形できていないことから機械加工時に割れや欠けが生じるといった強度的な問題点もあった。

【0006】他の方法としては、特公平2-8301号公報に示されているように、粉末を混合し、その混合粉末を金属カプセルに充填し、高温高圧下で固化成形する方法もある。この方法において、金属粉末同士であれば固化成形時に一部合金化したり、後熱処理により合金化することが可能である。しかし金属粉末と非金属であるセラミック粉末の場合、金属粉末同士の場合のように合金化することもなく、また固化成形後の熱処理により合金化させることもできなかった。その結果、セラミック粉末が単体で存在し、セラミック粉末が凝集したまま固化成形を行うと、固化成形後ターゲットを所定形状に仕上げる機械加工を行うときにセラミックの凝集部分から欠けや割れを生じるといった問題があった。

【0007】本発明はこのような状況の下でなされたものであって、その目的とするところは、従来技術に見られる種々の問題点を発生させることのない、セラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法を提供することである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記問題点を解決した本発明の方法の要旨とするところは、特許請求の範囲のとおりである。

【0009】まず本願請求項1記載の発明は、金属製カプセルに、セラミック粉末と金属粉末の混合粉末を適量収容して脱気密封し、このカプセルを加熱して加圧圧縮用金型内で強圧し、ついでこのカプセルを取出して冷却し、カプセルに由来する金属部分を除去して、高密度のセラミックと金属が複合化されたターゲット材を製造する方法において、混合粉末に金属粉末の表面に多数のセラミック微粉末が付着された形態の混合粉末を用いることを特徴とするセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法である。

【0010】次に本願請求項2に記載の発明は、セラミック微粉末が、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  および  $\text{ZrO}_2$  から選ばれた1種類以上のセラミック微粉末であることを特徴とする請求項1記載のセラミックと金属が複合化さ

れたスパッタリングターゲット材の製造方法である。ここに限定したセラミック微粉末である $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ あるいは $\text{ZrO}_2$ は、スパッタにより膜作製時、金属相を分離する非金属相として極めて効果的である。

【0011】さらに本願請求項3に記載の発明は、セラミック微粉末の平均粒径が、金属粉末の平均粒径の $1/10$ 以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法である。

【0012】この本願請求項3の発明においては、セラミック粉末の平均粒径が、金属粉末の平均粒径の $1/10$ 以下のセラミック微粉末を用いるが、これをV型混合機で混合することにより、該セラミック微粉末を金属粉末表面に極めて効果的に付着させることができる。また、セラミック微粉末の平均粒径としては、 $20\mu\text{m}$ 以下であればより好ましい。

【0013】本願請求項4に記載の発明は、セラミック微粉末の混合比率が混合粉末全体に対して $40\text{vol.}\%$ 以下であることを特徴とする請求項1、2又は3のいずれかに記載のセラミックと金属が複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法である。

【0014】この本願請求項4の発明においては、ターゲットの特性に鑑みると、セラミック微粉末の混合粉末全体に対する混合比率が $3\sim 35\text{vol.}\%$ がより好ましい。また、セラミック微粉末の混合比率を $40\text{vol.}\%$ 以下で混合することにより、強度的に弱いセラミック微粉末が凝集することなく、微細に分散されたセラミックが複合化されたスパッタリングターゲット材が得ることが可能となる。

#### 【0015】

【発明の実施の形態】本発明において金属粉末表面にセラミック微粉末を付着させた混合粉末を製造するには、例えば金属粉末とセラミック微粉末をV型混合機を用いて30分間以上混合することにより容易に得ることがで

きるが、セラミック微粉末粒径を金属粉末の粒径の $1/10$ 以下にすることで、より好ましいセラミック微粉末の金属粉末表面への付着状態を得ることができる。

【0016】セラミック微粉末の混合比率を混合粉末の全体に対して $40\text{vol.}\%$ 以下で混合することにより、強度的に弱いセラミック粉末の凝集をより効果的に防止でき、微細に分散されたセラミックが複合化されたスパッタリングターゲット材を得ることができる。

#### 【0017】

10 【実施例】金属粉末とセラミック粉末（微粉末）を表1に示す粒径ならびに配合比率でそれぞれV型混合機に投入し、同混合機を50分間運転して各混合粉末を得た。該各混合粉末をそれぞれ外径 $14.8\text{mm}$ 、肉厚 $4\text{mm}$ 、長さ $50\text{mm}$ の炭素鋼製のカプセルに充填し、このカプセルを加熱して加圧圧縮用金型内で強圧し、ついでこのカプセルを取出して冷却し、カプセルに由来する金属部分を除去して、セラミック複合化されたターゲット材の作製を試みた。表1に示す実施例及び比較例に基づいて、以下に詳細に説明する。

20 【0018】表1に示すように金属粉末とセラミック粉末の粒径ならびに混合比率を変化させてそれぞれ成形材を作製した。その各成形材の割れ欠けならびに機械的強度を抗折力試験により評価した結果を表1に併せて示す。また、各実施例及び比較例で得られた混合粉末を顕微鏡観察により付着の状態を観察し、金属粉末表面にセラミック粉末が十分に付着しているかどうかを判断した。さらに、成形材の割れ欠けについても目視により判断を行った。その結果も表1に併せて示す。

30 【0019】セラミック粉末の付着状態の判断結果は、良好…○、不良…×とした。成形体の割れ欠けの状態の判断結果は、割れ欠け無し…○、割れ欠けあり…×とした。

#### 【0020】

#### 【表1】

表 1

	No.	金属粉末の種類	セラミック粉末(微粉末)の種類並びに平均粒径( $\mu\text{m}$ )	セラミック粉末(微粉末) Vol%	セラミック粉末平均粒径対金属粉末平均粒径	セラミック粉末付着状態	成形材の割れ欠け	抗折力 MPa
本 発 明 実 施 例	1	Cr	SiO <sub>2</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	10	1/13	○	○	500
	2	Cr	SiO <sub>2</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	20	1/13	○	○	450
	3	Cr	SiO <sub>2</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	30	1/13	○	○	400
	4	Cr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	30	1/13	○	○	-
	5	Cr	ZrO <sub>2</sub> (10 $\mu\text{m}$ )	15	1/19	○	○	-
	6	Cr	ZrO <sub>2</sub> (10 $\mu\text{m}$ )	25	1/19	○	○	-
	7	Cr	ZrO <sub>2</sub> (10 $\mu\text{m}$ )	35	1/19	○	○	-
	8	Co-13Cr-4Ta	SiO <sub>2</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	10	1/11	○	○	-
	9	Co-13Cr-4Ta	SiO <sub>2</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	20	1/11	○	○	-
比 較 例	11	Cr	SiO <sub>2</sub> (200 $\mu\text{m}$ )	20	1/1	×	×	240
	12	Cr	SiO <sub>2</sub> (15 $\mu\text{m}$ )	50	1/13	×	×	50
	13	Cr	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (40 $\mu\text{m}$ )	30	1/5	×	×	-
	14	Co-13Cr-4Ta	SiO <sub>2</sub> (250 $\mu\text{m}$ )	20	1.5/1	×	×	10

## 【0021】実施例1

金属Cr粉末(平均粒径195 $\mu\text{m}$ )とセラミックSiO<sub>2</sub>粉末(平均粒径15 $\mu\text{m}$ )を表1のNo. 1の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。

## 【0022】実施例2

金属Cr粉末(平均粒径195 $\mu\text{m}$ )とセラミックSiO<sub>2</sub>粉末(平均粒径15 $\mu\text{m}$ )を表1のNo. 2の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。

【0023】セラミックの体積率が同一でセラミックの平均粒径が金属粉末の平均粒径に対して1/1である比較例No. 11においての条件下で作製したターゲット材には割れ欠けが見られた。また抗折力強度は約60%向上させることができた。

## 【0024】実施例3

金属Cr粉末(平均粒径195 $\mu\text{m}$ )とセラミックSiO<sub>2</sub>粉末(平均粒径15 $\mu\text{m}$ )を表1のNo. 3の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。またセラミックの粒径が同一でさらにセラミックの体積率を50%に増やした比較例No. 12の条件下で作製したターゲット材には割れ欠けが見られた。また抗折力強度もセラミックの体積率の増加に伴い著しく低下した。

## 【0025】実施例4

金属Cr粉末(平均粒径200 $\mu\text{m}$ )とセラミックAl

2O<sub>3</sub>粉末(平均粒径15 $\mu\text{m}$ )を表1のNo. 4の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。またセラミックの体積率が同一でセラミックの粒径が金属粉末に対して1/5である比較例No. 13の条件下で作製したターゲット材には割れ欠けが見られた。

## 【0026】実施例5, 6, 7

金属Cr粉末(平均粒径195 $\mu\text{m}$ )とセラミックZrO<sub>2</sub>粉末(平均粒径10 $\mu\text{m}$ )とを表1のNo. 5, 6, 7の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。

## 【0027】実施例8

金属Co-13Cr-4Ta粉末(平均粒径165 $\mu\text{m}$ )とセラミックSiO<sub>2</sub>粉末(平均粒径15 $\mu\text{m}$ )を表1のNo. 8の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。

## 【0028】実施例9

金属Co-13Cr-4Ta粉末(平均粒径165 $\mu\text{m}$ )とセラミックSiO<sub>2</sub>粉末(平均粒径15 $\mu\text{m}$ )を表1のNo. 9の条件下で混合し、上記のとおりターゲット材の作製を行った結果、機械加工により割れ欠けのない所望のセラミックと金属が複合化されたターゲット材が得られた。またセラミックの体積率が同一でセラミックの粒径が金属粉末に対して1.5/1である比較例

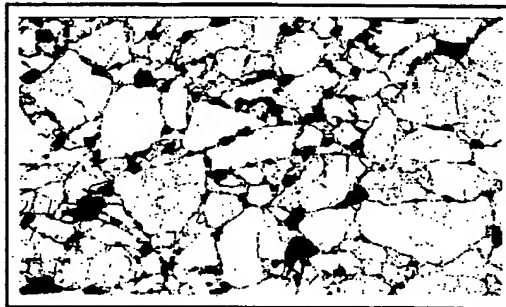
No. 14の条件下で作製したターゲット材には割れ欠けが見られた。また抗折力強度も著しく低下した。

【0029】

【発明の効果】以上述べたように、本発明により従来高密度に固化成形できていないことやセラミックが凝集するといったことから機械加工時に割れや欠けが生じるといった従来技術に見られる種々の問題点を発生させることのない、セラミックが複合化されたスパッタリングターゲット材の製造方法を提供することができるようにな

【図1】

実施例1のターゲット材マイクロ組織



100 μm

ったことは工業上極めて有用である。また、セラミック粉末を用いた場合よりも抗折力における機械的強度を向上させることができるようになったことも工業上極めて有利である。

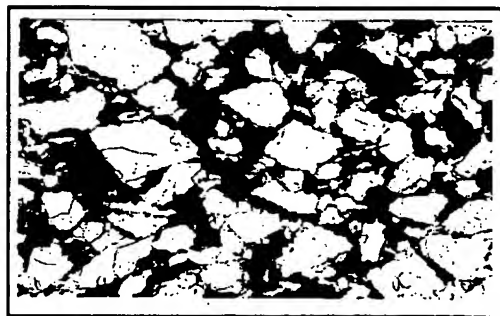
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明実施例1（表1に示すNo. 1）のターゲット材のマイクロ組織を示す光学顕微鏡写真。

【図2】本発明実施例3（表1に示すNo. 3）のターゲット材のマイクロ組織を示す光学顕微鏡写真。

【図2】

実施例3のターゲット材マイクロ組織



100 μm

BEST AVAILABLE COPY